# POLYBENZAZOLE FIBER AND ITS FABRIC

Patent number:

JP8027623

**Publication date:** 

1996-01-30

Inventor:

TANI KATSUYA

Applicant:

TOYO BOSEKI

Classification:

- international:

D01F6/74; D03D15/00; D03D15/08

- european:

Application number:

JP19940161211 19940713

Priority number(s):

JP19940161211 19940713

#### Abstract of JP8027623

PURPOSE:To provide a polybenzazole fiber having a color tone suitable for a clothing-like product and a textile fabric composed mainly of this fiber. CONSTITUTION:The polybenzazole fiber is dyed till the middle part in its cross- section and has >=4.0GPa strength and >=140GPa initial elasticity modulus. As the polybenzazole, e.g. polybenzooxazole (PBO) homopolymer, polybenzothiazole(PBT) homopolymer and a random, sequential and block copolymer between PBO and PBT are exemplified. As the pigment, e.g. an organic pigment such as pigment yellow 12, pigment yellow 13, pigment orange 16, pigment blue 7 or pigment blue 15 or an oil-soluble dye such as solvent green 28 or solvent green 13 is used. A textile fabric is produced by using the above- mentioned polybenzazole fiber as the main component.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO,

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平8-27623

(43)公開日 平成8年(1996)1月30日

(51) Int.Cl.4

識別記号

庁内整理番号

FΙ

技術表示箇所

D01F 6/74

D03D 15/00

Z

Α

15/08

審査請求 未請求 請求項の数2 OL (全 7 頁)

(21)出願番号

(22)出顧日

特願平6-161211

平成6年(1994)7月13日

(71)出額人 000003160

東洋紡績株式会社

1. 10 - abs 1. 10 - abs 11a - 25

大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

(72)発明者 谷 勝也

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡

**被株式会社総合研究所内** 

(74)代理人 弁理士 岸本 瑛之助 (外3名)

(54) 【発明の名称】 ポリベンザゾール繊維及び繊維布帛

## (57)【要約】

【目的】 衣料近似品に適用可能な色調を有するボリベンザゾール繊維及び該繊維を主構成成分とする繊維布帛を提供する。

【構成】 ポリベンザゾール繊維は、繊維の横断面中心部まで着色され、且つ強度4.0GPa以上、初期弾性率140GPa以上を有する。ポリベンザゾール繊維としては、ポリベンゾオキサゾール(PBO)ホモポリマー、ボリベンゾチアゾール(PBT)ホモポリマー、及びPBO、PBTのランダム、シーケンシャル、ブロック共重合ポリマー。着色剤としては、ピグメントイエロー12、ピグメントイエロー13、ピグメントオレンジ16、ピグメントブルー7、ピグメントブルー15等の有機顔料、ソルベントグリーン28、ソルトグリーン13等の油溶性染料。前記ポリベンザゾール繊維を主成分として構成される繊維布帛。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 繊維の横断面中心部まで着色され、且つ 強度4.0GPa以上、初期弾性率140GPa以上を 有するポリベンザゾール繊維。

【請求項2】 請求項1記載のポリベンザゾール繊維を 主成分として構成される繊維布帛。

## 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【産業上の利用分野】本発明は、着色され且つ高い力学特性を有する繊維布帛に関する。さらに詳しくは本発明 10 は、高い力学特性と審美性が要求される防弾チョッキ、ヘルメット、防護用手袋及びエプロン等、衣料近似品の素材として好ましく利用できるボリベンザゾール繊維及び繊維布帛に関する。

## [0002]

【従来の技術】従来、スーパー繊維と称される全芳香族ポリアミド繊維や全芳香族ポリエステル繊維は、その優れた強度・高弾性率や耐熱性及び耐薬品性等の性質を活かして高機能衣料、例えばユニホームやシートベルト、安全ベルト等の分野で広く用いられてきた。近年になってポリエステル繊維やポリアミド繊維と前記スーパー繊維の混紡糸や混織糸を用いて機能性に優れる一般衣料近似品、例えばスポーツ・レジャー用スーツが開発されている。

【0003】最近になってさらに高い力学特性、例えば4.0GPaを越える引張強度と140GPaを越える初期弾性率、高い耐熱性、例えば分解開始温度670℃、限界酸素指数56等を有するポリベンザゾール繊維の工業的な生産技術が開発された。これに伴って該繊維は産業資材用のみならず前記衣料近似品の素材として注30目される様になってきた。

#### [0004]

【発明が解決しようとする課題】しかし、ボリベンザゾール繊維は一般に黄乃至茶系統の色調を帯びており、且つ通常の染料に不染性であるため、色調の点で衣料近似品としての用途は制限を受ける傾向があった。

【0005】すなわち、ポリベンザゾール繊維に、通常の染料で染色可能な繊維または染色もしくは着色された繊維と合糸又は合撚したり、圧縮空気を用いて絡合させる等の手段を講じた場合、得られる糸条は、可染性繊維または染色もしくは着色された繊維によって表面色調が周期的に変化したり、若しくは霜降り調を呈することが多い。このような不均一な色調を持つ糸条で製絹織した布帛は、表面に木目調あるいはモアレと称される模様が形成されやすいという欠点がある。

【0006】またボリベンザゾールに染着座位を持つ単 重体を共重合する方法や、ボリベンザゾールに第三成分 を導入して微細構造を乱して繊維分子の分散を図る方法 等によって染色性を付与しようとした場合、繊維の力学 特性や熱特性が縁性になりやする。また砂質に要する原 料や加工費用の増大にもつながる。

【0007】さらにシースコア型の複合紡糸において、シース部に可染性の熱可塑性合成樹脂重合体、前記した 染着座位を持つ単量体の共重合体又は第三成分を導入し たポリベンザゾール重合体を用いる方法もあるが、何れ もポリベンザゾール繊維の持つ優れた特徴が犠牲にな る。

【0008】従って本発明の目的は、ポリベンザゾール 繊維の不染性から派生するこれらの欠点を解消して、衣 料近似品に適用可能な色調を有するポリベンザゾール繊 維及び該繊維を主構成成分とする繊維布帛を提供するこ とにある。

#### [0009]

【課題を解決するための手段】本発明者らは前記目的を達成すべく、紡糸原液中に着色剤を加えて紡糸を行なう所謂原液着色法に着目した。該紡糸法をボリベンザゾールの紡糸に適用して詳細に検討した結果、180℃以上の温度で変退色しない染料又は顔料を着色剤として用いることで、力学特性を損なうことなく繊維の横断面内部まで着色された良好な色調のボリベンザゾール繊維が得られることを見い出して本発明に至った。

【0010】すなわち、本発明のポリベンザゾール繊維は、繊維の横断面中心部まで着色され、且つ強度4.0 GPa以上、初期弾性率140GPa以上を有するものである。

【0011】また、本発明の繊維布帛は、前記ポリベンザゾール繊維を主成分として構成されるものである。

【0012】本発明のポリベンザゾール繊維は、ポリベンザゾール(PBZ)ポリマーからなるドープを原液着色紡糸して得ることができる。

【0013】以下、本発明を詳細に説明する。本発明で 用いられるポリベンザゾール(PBZ)とは、ポリベン ゾオキサゾール (PBO) ホモポリマー、ポリベンゾチ アゾール (PBT) ホモポリマー、及びそれらPBO、 PBTのランダム、シーケンシャルあるいはブロック共 重合ポリマーをいう。このようなポリベンゾオキサゾー ル、ポリベンゾチアゾール及びそれらのランダム、シー ケンシャルあるいはブロック共重合ポリマーは、例えば Wolfe らの「液晶ポリマー組成物、製法と製造物(Liqu id Crystalline PolymerCompositions, Process and Pro ducts) 」米国特許4,703,103 号(October 27,1987)、 「液晶ポリマー組成物、製法と製造物 (Liquid Crystal line Polymer Compositions, Process and Products) ] 米国特許4,533,692 号(August 6,1985)、「液晶ポリ (2,6-ベンゾチアゾール)組成物、製法と製造物 (Liquid Crystalline Poly(2,6-Benzothiazole) Compo sition, Process and Products)」米国特許 4,533,724号 (August 6,1985)、「液晶ポリマー組成物、製法と製造 物(Liquid Crystalline Polymer Compositions, Proces

特性や熱特性が犠牲になりやすく、また改質に要する原 50 s and Products)」米国特許 4,533,693号(August 6,19

85)、Evers の「熱酸化的に安定なP-ベンズオキサゾールとP-ベンゾチアゾールポリマー(Thermooxidatively S table Articulated p-Benzobisoxazole and p-Benzobis thiazole Polymers)」米国特許 4,359,567号 (November 16,1982)、Tasiらの「複素環ブロック共重合体の製法 (Method for making Heterocyclic Block Copolymer)」米国特許4,578,432 号(March 25,1986) 等に記載されている。

【0014】PBZポリマーに含まれる構造単位としては、好ましくはライオトロピック液晶ポリマーから選択される。モノマー単位は下記構造式(a)~(h)で表わされるモノマー単位からなり、さらに好ましくは、構造式(a)~(c)から選択されたモノマー単位からなる。

[0015]

【化1】

(a) 
$$\left\langle \left\langle \left\langle \right\rangle \right\rangle \left\langle \left\langle \right\rangle \right\rangle \right\rangle$$

【化2】

[化3]

(c) 
$$\left\langle \left\langle \left\langle \right\rangle \right\rangle \right\rangle \left\langle \left\langle \right\rangle \right\rangle \right\rangle$$

[{£4]

【化5】

(e) 
$$\left(\bigcirc \bigcap_{0}^{N}\right)$$

【化6】

[1£7]

$$(g) \left( \bigcirc \right)_{S}^{N} \right)$$

[1Ł8]

10 【0016】PBZポリマーのドーブを形成するための 好適な溶媒としては、クレゾール、PBZポリマーを溶 解し得る非酸化性の酸が挙げられる。好適な酸溶媒の例 としては、ポリリン酸、メタンスルホン酸、高濃度の硫 酸、およびこれらの混合物が挙げられる。これら溶媒の うち、さらに好適な溶媒は、ポリリン酸およびメタンス ルホン酸である。また最も好適な溶媒は、ポリリン酸で ある。PBZポリマードーブにおける溶媒中のポリマー 濃度は、好ましくは少なくとも7重量%であり、さらに 好ましくは少なくとも7重量%であり、さらに 好ましくは少なくとも10重量%、最も好ましくは少な くとも14重量%である。最大濃度は、例えばポリマー の溶解性やドーブ粘度といった実際上の取扱い性により 限定される。それらの限界要因のために、ポリマー濃度 は通常では20重量%を超えることはない。

【0017】上記のPBZポリマーやコポリマー、およびドープは公知の手法により合成することができる。例えばWolfe らの前述の米国特許 4,533,693号(August 6,1985)、Sybertらの米国特許 4,772,678号(September 20,1988)、Harrisの米国特許4,847,350号(July 11,1989)に見られる。また、PBO合成法については、例えば30特表昭63-500529号公報に記載がある。PBZポリマーは、Gregoryらの米国特許5,089,591(February 18,1992)によると、脱水性の酸溶媒中での比較的高温、高剪断条件下において高い反応速度での高分子量化が可能である。

【0018】本発明で使用する着色剤としては、油溶性 染料及び有機顔料が挙げられる。使用する着色剤の種類 に特に制限はないが、着色剤には、繊維工程における化 学的諸条件、例えば洗浄に用いる水、ポリリン酸やメタ ンスルホン酸等で代表される前記の紡糸原液を構成する 溶剤、およびポリベンザゾールによって化学反応あるい は結晶変換等を起こさないこと、さらには繊維の製造時 の物理的諸条件で変退色しない耐熱性が必要である。と とで耐熱性とは具体的には、少なくとも180℃で10 分間加熱したとき変退色しないことを意味する。係る観 点から本発明に適用可能な有機顔料としては、カラーイ ンデックス名で、ピグメントイエロー12、ピグメント イエロー13、ピグメントオレンジ16、ピグメントブ ルー7 ピグメントブルー15等が例示される。また油 溶性染料で好ましいものとしては、ソルベントグリーン 50 28、ソルトグリーン 13等を挙げることができる。こ

れら着色剤は、一種を単独で用いても良いが、色相の点 から二種以上を併用することも可能である。

【0019】本発明において使用する着色剤が有機顔料である場合、有機顔料の平均粒子径は0.1~0.3  $\mu$  mの範囲が好ましい。なぜなら平均粒子径が0.1  $\mu$  m 未満の場合には紡糸原液中で粒子の二次凝集を生じて着色力が低下し、平均粒子径が0.3  $\mu$  m を越える場合には繊維の力学特性、例えば強度や耐摩耗性及び柔軟性等を損なうからである。

【0020】前記着色剤をボリベンザゾール紡糸原液に 10 添加・分散させるには、(1)縮合系に予め一定量の着色剤を添加する所謂縮合時法、(2)紡糸原液の供給装置と紡糸装置との間で、着色剤をインライン供給して混合する所謂紡糸前法、なお、ここで供給装置とは重合工程と紡糸工程とが連続化されている場合は重合装置を、また重合工程と紡糸工程が非連続の場合には紡糸原液の貯蔵タンクとそれに付設される移送設備を意味する。

(3) 紡糸装置の内部、例えば昇圧装置と紡糸口金の間において着色剤を供給・混合する所謂紡糸時法等の方法が挙げられる。これらの方法のうち、紡糸時法が好適である。なぜなら前記縮合時法は縮合釜から紡糸設備まで着色剤で汚染されるため、着色剤の切り替えに際して広い範囲の洗浄を必要とし、また紡糸前法も同様に装置の汚染範囲が広く洗浄費用が高いため、同一色調で大量に生産する場合以外は採用しがたい。これに対して紡糸時法は着色剤による汚染範囲が狭いので、着色剤の銘柄切り替え作業が容易であり、切り替え費用も前二者の方法に比べて安いからである。なお、紡糸時法はインジェクション法とマスターバッチ法の何れも採用できるが、ボリベンザゾール紡糸原液の粘度が高いことと、着色剤の均一分散性とを考慮すると、後者を採用することが好ましい。

【0021】紡糸原液に対する着色剤の添加量は着色剤の種類にもよるが、好ましくは1~5重量%であり、特に好ましくは2~3重量%である。着色剤の添加量が1重量%未満であるとボリベンザゾール繊維の濃色が得にくく、審美性が損なわれる。また添加量が5重量%を越えると紡糸の調子が悪化し、また得られるボリベンザゾール繊維の力学特性、例えば強度や耐摩耗性そして柔軟性等を損なうからである。

【0022】本発明のポリベンザゾール繊維は、少なくとも4.0GPaの引張強度と、少なくとも140GPaの初期引張弾性率の力学特性を持つことが必要である。該繊維の引張強度が4.0GPa未満又は初期引張弾性率が140GPa未満の場合には、該繊維又は該繊維を用いて製編織した布帛の力学特性は低くなり、全芳香族ポリアミド繊維、全芳香族ポリエステル繊維及び超高分子量ポリエチレン繊維と競合できなくなる。また該繊維の特徴である高引張強度と高初期引張弾性率に基づく軽量化の効果も失われる。

【0023】また、本発明のポリベンザゾール繊維は、 小角X線散乱のギニエブロットで求められる繊維表面の ポイド断面の平均直径が25遙以下のものが好ましい。 本発明者らが開発において最初に遭遇した問題点は着色 剤等の均一分散の問題である。繊維構造と均一分散性の 関係について鋭意検討した結果、ポリベンザゾール繊維 の小角X線散乱で測定されるボイドの繊維断面における 平均直径と均一分散性とが相関することが明らかとなっ た。ポリベンザゾール繊維では一般にボイドが発生し易 く、顕微鏡で容易に観察できる。こうした巨大なボイド は着色剤の均一分散性を阻害するであろうことは容易に 推定できる。顕微鏡で観察できない場合でも多くの小さ なボイドは存在する。微小な100A以下のボイドは小 角X線散乱で評価できる。こうした微小ボイドのボイド 径を測定したところ、そのサイズと着色剤の均一分散性 が逆相関すること、およびボイド径が25 A以下となる と均一分散性にボイドサイズが影響を与えなくなること が見いだされた。

【0024】ボイド直径を25A以下にする方法の一つとして、ボリベンザゾールを主成分とするボリマーとボリリン酸とからなる重合ドープを溶液紡糸して繊維を製造するに際し、乾燥工程前に繊維油剤及び繊維油剤に不溶の微粉末を分散させた仕上げ剤の少なくとも一方を繊維に付与し、かつ乾燥工程時になるべく低温で乾燥することが大きな効果を示すことを見いだした。

【0025】ボイド径の測定は次のように行うことができる。

<ボイド径の測定方法>小角 X 線散乱強度の測定は、クラッキカメラを用いて行う。試料繊維の約6 mを測定ホルダーに巻き付ける。 X 線の出力は45 k v 150 m A で、C u K α 線をニッケルフィルターで単色化して用いる。 クラッキカメラの縦制限スリットは42 m m、幅制限スリットは0.07 m m、受光部スリットの縦制限は10 m m、幅制限は0.14 m m で行った。測定範囲は0.1度から3度である。ステップ幅は0.025度刻みで、30秒もしくはそれ以上積算する。バックグラウンド散乱の補正は、試料および空気散乱の測定結果から次式を用いて行う。

 $I = \mu$  [sample - ] air

40  $\mu = Iair (O) / Isample (O)$ 

ここで [ は真の散乱強度、 I sampleは試料を入れた状態での実測散乱強度、 I air は試料を入れないで測定した強度を示す。試料測定後、散乱角 0 度で強度測定を行い、試料の吸収係数を決定する。ボイドサイズの測定はギニエブロットを用いて行う。散乱強度( I )の対数と散乱ペクトル( k )の自乗をプロットし、 k の自乗の値が 0 から 0 . 0 1 Å 4 の範囲のデータについて直線近似し、直線の傾き( s )から次式を用いてボイド直径 ( D )を計算する。

50  $D = 2 (2S)^{1/2}$ 

Ė

【0026】本発明の着色された繊維布帛は、前記した 着色したポリベンザゾール繊維を主成分として構成され る。着色されたポリベンザゾール繊維は長繊維、短繊維 又は紡績糸であってもよく、繊維布帛の形態には編物、 織物、不織布等が含まれる。また該繊維布帛の力学特性 及び色調を著しく損わない範囲で、他の着色された繊維 若しくは可染性繊維が混合されてもよい。また布帛を構 成する手段に制限はなく、通常公知の何れの方法をも用 いることができる。例えば、従来のシャットル織機やジ ェット織機、グリッパーシャットル織機、レピア織機等 10 の革新的なシャットルレス織機を用いて製織する方法、 例えば、円型編機、平型編機を用いて製編する方法、ウ エップを積層して不織布とする方法等である。

[0027]

【実施例】まず、本発明における評価方法を示す。

【0028】<繊度の測定法>試料を標準状態(温度2 2 ± 2℃、相対湿度65 ± 2%の状態)の試験室で24 時間静置した後、ラップリールを用いて試料90mを採 取し、その重量を測定して9000mの重量に換算して 繊度とした。

【0029】<繊維の引張強度・初期弾性率の測定法> JIS L1013 (1981) の7.5.1に準じ、 標準状態の試験室でオリエンテック(株)製のテンシロ ン型試験機を使用して、把み間隔20cm、引張速度1 00%/分、n=10で糸条の強伸度を測定した。

【0030】<繊維の測色方法>目視により繊維及び布 帛の色調を判定した。

【0031】<染色堅牢度の試験方法>JIS L08 42 (1988) に記載の試験方法に準じて、染色堅牢 度を評価した。

【0032】 <摩擦堅牢度の試験方法>JIS L08 49 (1971) に準拠して、摩擦試験機2型によって 乾燥状態と湿潤状態の摩擦堅牢度を評価した。

【0033】 [実施例1] メタンスルホン酸を溶媒とし て25℃の温度で測定した極限粘度が28 d 1/gのボ リベンズオキサゾール重合体のポリリン酸溶液(濃度1 4 重量%) を170°Cに加熱し、着色剤としてC. I. ピグメントブルー15[Phthalocyanie・Blue 、日本ピ グメント (株) 製、C. I. 74160] をポリベンズ オキサゾール重合体に対する量が20重量%(ドープに 40 対する量が2.8重量%)となるように添加し、ニーダ ーを用いて混合・分散させて濃厚着色物A(マスターバ ッチ)を得た。

【0034】一方、ポリベンズオキサゾール重合体をポ リリン酸に溶解した未着色の紡糸原液B(濃度14重量 %)を、170℃に加熱された状態で昇圧装置を通過さ せて紡糸装置に供給した。該紡糸装置内で未着色紡糸原 液Bをギャポンプを用いて計量し、一方、前記濃厚着色 物Aを別のギヤポンプによって、得られるポリベンズオ キサゾール繊維の着色剤含有率が1.6重量%となるよ 50

うに計量しつつ、未着色紡糸原液Bの流路に圧入した。 とのようにして、未着色紡糸原液Bに濃厚着色物Aが添 加された紡糸原液Cを得た。

8

【0035】該紡糸原液Cをエレメント数15を有する 静止混合器 (スタティックミキサー) を通過させた後、 さらに無機物から成る層厚50mmの粒子充填層と、直 径2 mmの細孔が格子状に複数個穿孔された分散板とを 通過させた。次いで該分散板の後方に並列的に配設した 複数個の静止型混合器に紡糸原液Cを導入して、着色剤 を混合・拡散させた。さらに直径が10μmの焼結金属 繊維の布帛で構成された積層体を通過させた。そして孔 径0.20mm、孔長0.44mm及び孔数332個の 細孔を有する紡糸□金から、温度173℃、単孔当り 0.226g/分で吐出した。

【0036】紡出された糸条に、該紡糸口金の下方の2 ~47cmの範囲に亘り整流された温度70℃の空気を 0.5m/秒の速度で吹き付けた後、該紡糸口金の下方 50cmの位置に配設された、温度20±2℃に保たれ た濃度20重量%のリン酸液を抽出媒体とする漏斗型形 状の抽出浴に導入した。次いで該抽出浴外の下方に設置 した複数の第一ロール (群) に巻き崖けて糸条の方向を 変更させた後、第二巻ロール(群)に巻き掛けて張力を 解放すると同時に、該ロール(群)に近接した位置に設 けたスプレー装置から走行糸条に水噴射させて溶媒の抽 出を行なった。引き続いて糸条に、ポリエーテルを主成 分とする紡糸油剤を繊維に対して0.8重量%付与した 後、温度180~240℃に加熱された複数のロール群 を順次通過させて、糸条の水分率が2重量%以下となる ように乾燥した。さらにポリエーテルを主成分とする紡 糸油剤を繊維に対して0.8重量%付与した後、200 m/分の速度でパッケージに巻き上げた。このようにし て、本発明のポリベンズオキサゾール繊維を得た。得ら れた繊維の評価結果を表しに示す。

【0037】[実施例2]ポリベンズオキサゾール繊維 の着色剤含有率が2.7重量%とになるように変更した 以外は、実施例1と同様にしてポリベンズオキサゾール 繊維を得た。得られた繊維の評価結果を表1に示す。

【0038】 [比較例1~2] ポリベンズオキサゾール 繊維の着色剤含有率が、それぞれ0.7重量%(比較例 1)、3.7重量%(比較例2)となるように未着色紡 糸原液Bに対する濃厚着色物Aの混合量を変更した以外 は、実施例1と同様にしてポリベンズオキサゾール繊維 を得た。得られた繊維の評価結果を表しに示す。

【0039】[実施例3~4、比較例3]実施例1にお ける着色剤C. I. ピグメントブルー15に代えて、そ れぞれC. [. ソルベントグリーン28[ヘキスト (株) 製] (実施例3)、C. I. ソルベントバイオレ ット13[ヘキスト (株) 製] (実施例4)、C. I. ビグメントレッド53[日本ビグメント(株)製](比

較例3)を用いた以外は、実施例1と同様にしてポリベ

ンズオキサゾール繊維を得た。得られた繊維の評価結果 を表2に示す。

【0040】 [比較例4] 実施例1において着色剤を添 加しなかった以外は、実施例1と同様の製糸条件で未着 色のポリベンズオキサゾール繊維を得た。これを分散染 料 [Dispere FastBlue B/Diacelliton Fast Blue BF] (三菱化成(株)製、C. I. 61500)を用いて、 染料濃度2%、分散剤にDisper TL 1g/1を、助剤に\* \*酢酸0.5ml/1、浴比1:100、温度・時間13 0℃×60分の条件で染色した。次いで70℃の温水で 20分間洗浄した後、仕上げ油剤の付与と乾燥を行なっ た。得られた着色繊維の染色堅牢度及び摩擦堅牢度はと もに1級と非常に劣っていた。

[0041]

【表1】

			<b>実施例</b> 1	<b>実施例</b> 2	比較例 1	比較例 2
ポリマー	種類	_	PBO	PBO	PBO	PBO
着色刺	名称	_	C. I. ピグメント ブルー・15	C. I. ピグメント ブルー・15	C. I. ピグメント ブルー・15	C. I. ピグメント プルー・15
	添加方法	_	<b>初糸時添加</b>	粉糸時飯加	紡糸時添加	紡糸時添加
	含有率	重量%	1. 6	2. 7	0. 7	3. 7
紡糸調子	背圧上昇	kg/cm <sup>2</sup>	2. 8	3. 3	1. 7	5. 3
評価(糸条)	色調	<del></del>	0	0	×	0
	染色堅牢度*	級	7	7	7	8
	乾燥摩擦堅牢度	級	5	5	5	4
	温潤摩擦堅牢度	級	5	5	5	4
	織度	Den	497	497	497	501
	引張強度	GPa	5. 4	5. 0	5. 7	3. 8
	初期引張彈性率	GPa	199	186	209	139
総合 判定			0	0	×	×

<sup>\*</sup> カーボンアーク灯光に対する染色堅牢度

#### [0042]

## ※ ※【表2】

			実施例	実施例 4	比較例 3		
ポリマー	種類	_	PBO	PBO	PBO		
着色剤	名称	_	C. I. ソルベント バイオレット13	C. I. ソルペント グリーン28	C. 1. ピグメント レッド53		
	添加方法	-	紡糸時添加	紡糸時添加	紡糸時添加		
	含有率	重量%	1. 6	1. 6	1. 6		
紡糸調子	背圧上昇	$k g/cm^2$	0. 9	0. 9	3. 1		
評価(糸条)	色調	_	0	0	×		
	染色堅牢度*	級	6	6	2		
	乾燥摩據堅牢度	級	5	5	5		
	温潤摩擦堅牢度	級	5	5	5		
	織度	Den	497	497	497		
	引張強度	GPa	5. 5	5. 4	5. 4		
	初期引張彈性率	GPa	201	201	199		
総合 判定			0	0	×		

\* カーボンアーク灯光に対する染色堅牢度

【0043】表1および表2より、本発明による実施例 1~4のポリベンズオキサゾール繊維はいずれも、引張 強度および初期弾性率の力学特性に優れるとともに、優 れた色調を有し、染色堅牢度、摩擦堅牢度も十分であっ 50 まで着色されているものではなく、また、実質的にポリ

た。一方、比較例1のポリベンズオキサゾール繊維で は、単繊維をカットして繊維断面の染色状態を観察する と着色剤が繊維横断面内で偏在しており、横断面中心部

ベンズオキサゾールポリマーに固有な黄乃至茶系統の色調を呈し、添加した着色剤の効果は認められなかった。比較例2のポリベンズオキサゾール繊維では、強度並びに初期弾性率が共に本発明の範囲から外れる。またドープの吐出部における背圧上昇速度が極めて大きく頻繁なフィルター交換を必要とする。比較例3のポリベンズオキサゾール繊維では、比較例1と同様に着色剤が繊維横断面内で偏在しており、横断面中心部まで着色されているものではなく、また、染色堅牢度が2級と低く、実用的な価値のないものであった。

【0044】[実施例5]実施例1のポリベンズオキサ ゾール長繊維を経糸(構成18本/インチ)と緯糸(構 成18本/インチ)に用いて、幅5cmの細幅織物(綾 織)を作成し、これを実施例5とした。

【0045】[実施例6~8]実施例2~4に記載したポリベンズオキサゾール長繊維をそれぞれ用いて、実施

12

例5と同様にして細幅織物を作成し、これらを実施例6~8とした。

【0046】実施例5~8で得られたポリベンズオキサ ゾール繊維からなる繊維布帛(織物)はいずれも、優れ た力学特性と色調を有し、衣料近似品の素材として好適 なものであった。

[0047]

【発明の効果】本発明のポリベンザゾール繊維は、以上述べたように、高い力学特性が損なわれることなく、優れた色調を有するものである。また本発明の繊維布帛は、このポリベンザゾール繊維を主成分として構成されたものであるので、やはり高い力学特性と優れた色調を有する。従って、本発明の繊維布帛は、高機能性と審美性を兼ね備えた衣料近似品、例えば防弾チョッキ、ヘルメット、防護用手袋、エブロン等の素材として非常に好適である。

THIS PAGE BLANK (USPTO)